IPDI M-261

Prélèvement : Actif sur cassette avec filtres imprégnés
Analyse : HPLC phase inverse détection UV

Données de validation Validation partielle

Numéro de la méthode M-261

Ancien numéro de fiche 004

Substances

Informations générales

Nom	Fiche Toxicologique
Isophorone Diisocyanate	FT IPDI

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
Isophorone Diisocyanate	4098-71-9	$C_{12}H_{15}O_2N_2$	222,28	IPDI; 5-Isocyanato-1-(isocyanatomethyl)-1,3,3-trimethylcyclohexane

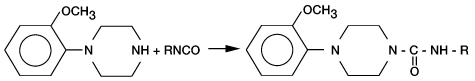
Substance	données de validation
Isophorone Diisocyanate	Validation_200

Famille de substances

- ISOCYANATES MONOMÈRES

Principe et informations

Les isocyanates monomères réagissent avec la 1-(2-méthoxyphényl)pipérazine présente dans le média ou sur le support de collecte pour former les dérivés uréides correspondants. Ces dérivés sont ensuite séparés et quantifiés par chromatographie liquide, soit de polarité de phase inversée, soit de partage classique.



Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique Aérosols (mélange de gaz ou vapeurs / particules)

Type de prélèvements Actif

Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement [1]

[1] https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe/metropol-prelevement-principe.pdf

Nom du dispositif cassette avec filtres imprégnés

Technique analytique CHROMATOGRAPHIE EN PHASE LIQUIDE

Injecteur PASSEUR AUTOMATIQUE

Détecteur ULTRAVIOLET (UV)

Domaine d'application

Substance
Isophorone Diisocyanate

Liste des réactifs

- 1-3-METHOXYPHENYL-PIPERAZINE
- ACETATE D'AMMONIUM
- ACETONITRILE
- ACIDE SULFURIQUE
- ANHYDRIDE ACETIQUE
- DICHLOROMETHANE
- EAU
- ISOOCTANE
- m-XYLENE
- METHANOL
- n-HEXANE
- TETRAHYDROFURANE
- TOLUENE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire [2]

[2] http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953

Méthode de prélèvement

Utilisation de la cassette fermée pour le prélèvement d'aérosol [3]

[3] https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-cassette/metropol-prelevement-cassette.pdf

Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série 1

Dispositif de prélévement

Type de dispositif
- CASSETTE 37 mm 2 pièces

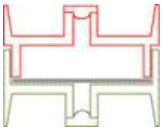
Support ou substrat de collecte
- 2 FILTRES EN FIBRE DE QUARTZ IMPREGNES

Préparation du substrat :

Les filtres sont imprégnés d'une solution de **methoxy phényl pipérazine** à 3g/L dans un mélange de dichlorométhane/n-hexane (20/80 en volume).

Commentaires, conseils, consignes :

Déposer les deux filtres au fond de la cassette à l'aide d'une pince



Conditions de prélèvement

Plage de débit

Débit mini (L/min) 0,200

Débit maxi (L/min) 2

15 minutes (VLEP-CT possible dans ces conditions) oui

Particularités, commentaires, conseils :

Comparaison à la VLEP (8H) : volume recommandé : de 20 à 200 L.
Comparaison à la VLCT : 5 min, avec un volume minimal de 10 L.

Pompe de prélèvement

- Pompe à débit de 0,1 à 3,5 L/min

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise [4]

[4] https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-intervention-preparation/metropol-intervention-preparation.pdf

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire [5]

[5] https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe/metropol-analyse-principe.pdf

Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements 3 semaine(s)

Nombre d'étapes de préparation 2

Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :

Après destruction de l'excès de réactif (en cas d'analyse par chromatographie en phase normale), les solutions doivent être analysées immédiatement.

1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

Solvant ou solution
- ACETONITRILE

Type de préparation
- Désorption

Volume 5 mL

Ultrasons 5 min

Filtration :

Les échantillons préparés sont filtrés sur une membrane de 0,45 µm avant injection.

Commentaires :

Les deux filtres sont analysés séparément.
L'acétonitrile peut être remplacé par du THF.
Une agitation mécanique de 15 minutes peut remplacer les ultra-sons.

Dérivation

Moment de la dérivation lors du prélèvement

Réactif
- 1-(2-METHOXYPHENYL)PIPERAZINE

Nom du/des dérivé(s) formé(s) et numéro(s) CAS correspondants :

Masses moléculaires de l'isocyanate (M1) et du dérivé correspondant (M2).
Les dérivés sont appelés Ureides.

	M1	M2
HDI	168	552
TDI	174	558
MDI	250	634
IPDI	222	606
NDI	210	594

Commentaires :

1 condition analytique :

Condition analytique n° 1

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

Technique analytique	▪ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE LIQUIDE
Injecteur	▪ PASSEUR AUTOMATIQUE
Colonne	▪ PHASE INVERSE C18
Détecteur	▪ ULTRAVIOLET (UV)
Phase mobile	▪ ACETONITRILE ▪ EAU TAMPONNEE

Etalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement. Elle n'a cependant pas de caractère obligatoire

Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants [6]

[6] https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage/metropol-analyse-etalonnage.pdf

Principe d'étalonnage externe

Solvant de l'étalon ▪ Même solvant que celui des échantillons

Commentaires :

L'étalonnage peut être réalisé :

Soit à partir de solutions du dérivé commercial ou synthétisé au laboratoire (voir information complémentaire).

Soit à partir de solutions préparées avec la substance elle-même dérivée directement en solution de réactif ou sur support de collecte imprégné de réactif.

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

Le dosage est effectué avec le dérivé, la conversion en concentration de **substance** dans l'air est donc indispensable. Les données nécessaires se trouvent dans les validations complémentaires.

Calcul de la concentration atmosphérique [7]

[7] https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf

▪ $$C_{masse} = \frac{(C - C_{blanc}) * V_{sol}}{Q_{prél} * t_{prél}} * \frac{M_{substance}}{M_{dosée}}$$

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

[1] D.A. Bagon, C.T. Warwick, R.H. Brown.
Evaluation of total isocyanate in air. Method using 1-(2-méthoxyphenyl) piperazine and HPLC. Ind. Hyg. Assoc. J., 1984, 45(1), pp. 39-43.

[2] C.J. Warwick, D.A. Bagon, C.J. Purnell.
Application of electrochemical detection to the measurement of free monomeric aromatic and aliphatic isocyanates in air by high-performance liquid chromatography. Analyst, 1981, vol. 106, June, pp. 676-685.

[3] P. Simon, O. Moulut.
Separation of the urea piperazine derivatives of polyisocyanate monomers and prepolymers by normal phase chromatography. Journal of Liquid Chromatography, 1988, 11 (9-10), pp. 2071-2089.

[4] A. Robert, P. Simon.
A solvent-free sampling method for airborne toluene diisocyanate. Chromatographia, 1987, vol. 23, n° 7, July, pp. 507-511.

[5] X 43-263. Octobre 1991. Air des lieux de travail. Prélèvement et dosage des isocyanates monomères. Paris-La Défense, AFNOR, 1991, 17 p.

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
004	Jusqu'au 25/09/2012	Création et mises à jour
004/V01.01	25/09/2012	Révision de la terminologie
M-261/V01	Novembre 2015	Mise en ligne
M-261/V02	Mars 2017	Correction méthode de désorption